

- For more records, click the Records link at page end.
- To change the format of selected records, select format and click Display Selected.
- To print/save clean copies of selected records from browser click Print/Save Selected.
- To have records sent as hardcopy or via email, click Send Results.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	<input type="button" value="Print/Save Selected"/>	<input type="button" value="Send Results"/>	<input type="button" value="Display Selected"/>	Format Free
--	---	--	---	---	-------------

1. ☐ 2/5/1 DIALOG(R)File 352:Derwent WPI (c) 2007 The Thomson Corporation. All rts. reserv.

0006174269

WPI Acc no: 1992-418588/199251

XRAM Acc no: C1992-185702

Finely pulverised feather with good physicochemical properties – obtd. by soaking feathers in alcoholic solvent, grinding and crushing on ball-mill

Patent Assignee: ISHAHARA YAKUHI KK (ISHA-N)

Inventor: KAWAGUCHI Y; MATSUKAWA K

Patent Family (1 patents, 1 countries)

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Update	Type
JP 4312534	A	19921104	JP 1991103176	A	19910408	199251	B

Priority Applications (no., kind, date): JP 1991103176 A 19910408

Patent Details

Patent Number	Kind	Lan	Pgs	Draw	Filing Notes
JP 4312534	A	JA	5	0	

Alerting Abstract JP A

Prepn. of finely pulverised feather comprises soaking feathers in alcoholic solvent, grinding on a rotary stone mortar, and crushing on a ball mill.

The quality of the finely pulverised feather surface obtd. may be improved by subjecting to myristylation sulphonation, and/or succinylation.

USE/ADVANTAGE – The pulverised feathers may be used as a base for pharmaceuticals and cosmetics. The pulverised feathers may be used as pharmaceuticals and cosmetics. The method can mfr. finely pulverised feather prods. by saving energy with high efficiency. The finely powdery feathers exhibit potent affinity to aq. solvents, good dispersibility in water, and excellent water repellency when applied to the skin.

USE/ADVANTAGE – In an example, water-washed hen's feathers (ca.100g) were soaked with 1 litre ethanol and then ground on a rotatory mortar at 1200 rpm. The grinding was repeated 4 times in total and the resultant material was further crushed on a vibrating ball mill for 1 hr. This process was a wet one carried out under soaking with ethanol. The crushed substance was collected by filtration, washed with ether, acetone, and ethanol, and then dried. The prod. was a fine powder of several microns in dia

Title Terms /Index Terms/Additional Words: FINE; PULVERISE; FEATHER; PHYSICO; CHEMICAL; PROPERTIES; OBTAIN; SOAK; ALCOHOLIC; SOLVENT; GRIND; CRUSH; BALL; MILL

Class Codes

International Patent Classification

IPC	Class Level	Scope	Position	Status	Version Date
A61K-047/42			Main		"Version 7"
A61K-035/36; A61K-037/12; A61K-007/00; A61K-009/107; C08H-001/06			Secondary		"Version 7"

File Segment: CPI

DWPI Class: B04; B07; D21

Manual Codes (CPI/A-N): B04-B04E; B12-L02; D08-B

Derwent WPI (Dialog® File 352): (c) 2007 The Thomson Corporation. All rights reserved.

<input checked="" type="checkbox"/> Select All	<input type="checkbox"/> Clear Selections	<input type="button" value="Print/Save Selected"/>	<input type="button" value="Send Results"/>	<input type="button" value="Display Selected"/>	Format Free
--	---	--	---	---	-------------

© 2007 Dialog, a Thomson business

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-312534

(43) 公開日 平成4年(1992)11月4日

(51) Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	47/42	N	7329-4C	
	7/00	K	7327-4C	
	9/107	P	7329-4C	
	35/36		9165-4C	
	37/12		8314-4C	

審査請求 未請求 請求項の数7(全 5 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平3-103176

(22) 出願日 平成3年(1991)4月8日

(71) 出願人 000197975

石原薬品株式会社

兵庫県神戸市兵庫区西柳原町5番26号

(72) 発明者 川口 芳広

東京都北区田端新町3丁目16番4号 石原
薬品株式会社東京支店内

(72) 発明者 松川 倉也

東京都北区田端新町3丁目16番4号 石原
薬品株式会社東京支店内

(74) 代理人 弁理士 湯浅 恭三 (外6名)

(54) 【発明の名称】 羽毛微細粉末およびその製造方法

(57) 【要約】

【目的】 ケラチン物質を利用して医薬品および香粧品の基剤として好適な材料を提供する。

【構成】 羽毛をアルコール系溶媒に浸漬し、石臼式回転磨砕を施したのちボールミル式粉砕をして羽毛微細粉を得る。更に、必要に応じて、この微細粉末の表面をシリステル化、スルホン酸化およびサクシニル化のいずれか1つを単独でもしくはこれらの2つ以上を適宜組み合わせ、表面の改質された羽毛微細粉末を得る。

【効果】 極めて省エネルギー的に効率良く羽毛微細粉末を得ることができる。このようにして得られた羽毛微細粉末は、水に対する分散性が極めて良好であり、皮膚上での伸展性が良く、皮膚上の粉末塗布面における撥水性に優れている等種々の特長を有する。

透過電顕写真



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 羽毛をアルコール系溶媒に浸漬し、石臼式回転磨砕を施したのちボールミル式粉砕することを特徴とする羽毛微細粉末の製造方法。

【請求項2】 請求項1に記載の製造方法によって得られた羽毛微細粉末表面に対してミリスチル化、スルホン酸化およびサクシニル化のいずれか1つを単独でもしくはこれらの2つ以上を組み合わせることを特徴とする表面改質された羽毛微細粉末の製造方法。

【請求項3】 請求項1に記載の製造方法によって得られた羽毛微細粉末。

【請求項4】 請求項2に記載の製造方法によって得られた羽毛微細粉末。

【請求項5】 請求項3および請求項4に記載の羽毛微細粉末のうち少なくとも一方を用いることを特徴とする医薬品用または香粧品用の基剤。

【請求項6】 請求項3および請求項4に記載の羽毛微細粉末のうち少なくとも一方を含有することを特徴とする医薬品。

【請求項7】 請求項3および請求項4に記載の羽毛微細粉末のうち少なくとも一方を含有することを特徴とする香粧品。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は羽毛の微細粉末の製造方法、得られた微細粉末表面を化学的に改質する方法、これらの方法によって得られた羽毛微細粉末およびこのような微細粉末の用途に関する。

【0002】

【従来の技術】 近年、香粧品および医薬品用途を目指したケラチン物質の有効利用の試みがなされてきた。ケラチン物質としては羽毛、獣毛、毛髪、爪、角、蹄、鱗等を利用できることが、各々高含有量でケラチン蛋白質を含有することからも明らかである。

【0003】 しかし、工業的にこれらケラチン物質を効率よく利用するに際し、入手し易さを計る必要があり、好ましくは近年の省資源、資源有効利用の観点からも廃棄物の効果的再利用がなされるべきである。また、企業の見地からより付加価値を向上できる再利用を計ることが望まれる。これらの観点から、上述のケラチン物質において真に効果的再利用の意義を有するものは、排出量の点から言っても羽毛であり、特に食肉用のニワトリの屠殺は大量の羽毛を排出し、その後一部が細断され家畜用飼料として配合利用されているにすぎない。その他については、実際に廃棄物として現存し、効率的に回収の可能なものとは言えない。

【0004】 上述のケラチン物質の利用に際し、物理的、化学的処理を施す事が実際上の課題である。即ち、水に可溶性のケラチン蛋白質を効率よく得るための酸、アルカリ処理および還元剤、酵素処理等による方法が工

2

夫されている。また、このような化学的処理を容易にするための物理的な前処理法として細断、粉砕法も検討されている。この細断、粉砕の程度については、後の化学的処理にとって都合の良いもので充分であり、粉末性状の良い微細粉末まで得る必要はない。実際、現状においてケラチン物質の微細粉末を得るための効果的、合理的な方法については見出されていない。その理由として必要性のなさもあるが、やはりケラチン物質の素材としての剛性のなさが、物理的な破壊、剪断力を受けにくくしているものと言える。この点に関して、特開昭57-163392号公報にはケラチン物質の含水物を-80℃以下で凍結し、粉砕することが開示されている。この発明はさらに含水物を製する際に界面活性剤を使用するものである。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 この方法では、凍結のための冷媒にコストがかかり、操作工程が煩雑でしかも装置を冷却しておかなくてはならず、付帯設備が従来の粉砕機に付与しにくいなどの問題がある。さらに同発明がなされた時点以降に、微粉砕のために有効に利用できる磨砕機の開発もあり、ケラチン物質の微細粉末製造法は今改めて、材料の物性に相応した磨砕技術の工程が検討され開発される必要性を有していた。

【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者は、種々の粉砕、磨砕技術の選択とケラチン物質の好ましい微粉砕試料形態について鋭意検討した結果本発明を完成するに至った。本発明の構成はケラチン物質として羽毛を採択し、予備洗浄を行い、微粉砕工程のため石臼式磨砕そして連続してボールミル式粉砕を実施し、濾過洗浄、乾燥処理を行うものである。

【0007】 予備洗浄においては水洗にひきつづくアルコール系溶媒による洗浄がなされる。アルコール洗浄の意味は、羽毛に本来付着している油脂分を溶解除去する目的もあるが、水になじみの悪い羽毛を次の石臼式磨砕を湿式で処理するのに良好な浸漬物を提供するものであるものである。アルコール洗浄の利点は、水洗後の水分の残存を問題とせずアルコールへの完全置換を必要としない点にもあり、このアルコール洗浄から磨砕、粉砕の一貫した工程におけるアルコール濃度については、0.01-99.99%とすることができる。しかし、羽毛の殺菌消毒効果も同時にとり行える30-70%が実用上好ましいものである。使用アルコールについては飽和、不飽和の脂肪族および芳香族のモノ、ジ、そして多価アルコールなどの広範な種類のものを使用できるが、好ましくはエタノール、イソプロパノールであり、さらに日本薬局方収載のものを70%エタノール、30%、50%イソプロパノールとして用いることができる。

【0008】 次に、石臼式磨砕機へ投入するケラチン

3

物質は、前記最終アルコール浸漬物とすることができ
る。磨砕機は上下2枚の特殊グラインダーによって構成
され、固定された上部グラインダーと回転する下部グラ
インダーの間に生じる衝撃、剪断、圧縮、ころがり摩擦
等の力により原料を粉砕するものである。用いるグラ
インダーには、従来どりのものも使用できるが、最近、
開発された無気孔で割れない特性を有するセラミックス
のものが適している。投入するケラチン物質のアルコー
ル浸漬物は、その浸漬比率が1:0.5(固体:分散媒
(V/V))以上であれば良く、好ましくは1:1から
1:10までの範囲での使用が好ましい。運転に際し
て、一度磨砕されたものを繰り返し磨砕機に投入する連
続磨砕処理も効果的である。さらに、連続磨砕処理の
間にアルコール分散媒を交換することは、洗浄効果をさ
らに促進するものである。

【0009】石臼式磨砕を終えた磨砕物は、そのままボ
ールミル式粉砕機に投入する。ボールミル式粉砕には円
筒の中に被粉砕物と粉砕媒体(例えばジルコニアボ
ール)を入れて、円筒内の回転軸の動きにより回転粉砕す
るか、円筒を振動させて粉砕する方法を利用することが
できる。本工程においても被粉砕物であるケラチン物質
のアルコール浸漬比率は、前工程と同様のものとする。
本工程からの粉砕物の分離回収には、粉砕媒体のボ
ールの直径より小さい目目のふるいを通してボールを捕
捉しておき、下段に設けたマイクロフィルターで粉砕物
懸濁液を濾過することにより行う。ボールの洗浄と濾過
粉砕物は、アルコールまたは他の揮発性有機溶媒により、
羽毛由来の残存油脂分を洗浄除去後、乾燥され羽毛微
細粉末とされる。この最終段階での洗浄は、元の羽毛の
容積が小さくなっており、また逆に表面積が大きくなって
おり、油脂分の溶解除去にとって効果的とされ、洗浄溶
媒も各々単独もしくは併用出来るが、好ましくはアセ
トン、エーテルを使用することが望ましい。

【0010】石臼式回転磨砕処理及びボールミル式粉
砕処理を行なって得られた羽毛微細粉末の粒径は、数ミ
クロン程度と極めて小さなものになる。図1は本発明の
羽毛微細粉末の顕微鏡写真(15×40倍)である。図2
は直径10ミクロンの標準ラテックス粒子の顕微鏡写真
(15×40倍)であって、これと比較すると本発明の
羽毛微細粉末の粒径がいかに小さいものであるかがより
一層明確になる。

【0011】本発明の効果としては、以上の記述に示さ
れるように極めて省エネルギー的に効率良く、羽毛微細
粉末を得ることができるものである。さらに全工程が結
果として有効な洗浄効果をあげていることも本発明の特
長である。このようにして得られた羽毛微細粉末は、水
系溶媒に対する親和性が向上しており、水に対する分散
性が極めて良好であることから各種乳化組成物系におけ
る安定作用が期待される。さらに微細粉末化による表面
積の増大に伴い、化学的処理を受けやすくなっており、

4

従来技術におけるケラチンの効率的可溶化やまた粉末表
面への化学修飾による粉体改質にも有用となった。

【0012】その他、このようにして得られた本発明の
羽毛微細粉末は次のような特長を有している。①皮膚上
での伸展性が良い。②水中への強制分散後、水との接触
で凝集しない。③皮膚上で粉末塗布面において、撥水性
を維持する。④公知の方法によるケラチンの可溶化抽出
効率が向上する。⑤元々たんぱく質であるが故に紫外線
吸収性であると同時に微細粒子がもたらす紫外線散乱を
保有する。

【0013】化学的処理を受けやすくなった羽毛微細粉
末に対して更に、ミリスチル化、スルホン酸化およびサ
クシニル化のうち少なくとも1つの化学修飾もしくはこ
れらを組み合わせた化学修飾を施すことによって羽毛微
細粉末の表面が改質され、より優れた物性を有する羽毛
微細粉末を得ることができる。上記3つの化学修飾を組
み合わせて用いる場合、まず第1にミリスチル化を行な
い、次いでスルホン酸化又はサクシニル化を行なうのが
特に好適である。なお、ミリスチル化、スルホン酸化お
よびサクシニル化を行なう場合にそれぞれ使用するミ
リスチン酸誘導体、スルホン酸誘導体およびコハク酸誘
導体は特に制限はなく任意の適当な化合物を使用するこ
とができる。このようにして表面を化学修飾した羽毛微
細粉末は次のような特長を有している。①スルホン酸化、
サクシニル化により皮膚上での伸展性が向上する。②ス
ルホン酸化、サクシニル化により水中への強制分散後、
水との接触で凝集しないようになる。③ミリスチル化に
より皮膚上で粉末塗布面において、撥水性が増大する。

【0014】本発明により得られたこれらの羽毛微細粉
末は、その特性を利用して種々の用途に供することが可
能である。特に医薬品および化粧品等の香粧品の基剤と
して好適である。

【0015】以下に実施例を挙げて本発明を更に詳しく
説明するが、本発明はこれらの実施例によって何ら限定
されるものではない。

【0016】

【実施例】(実施例1)水洗したニワトリ羽毛約100
gをエタノール1リットルに浸漬し、石臼式回転磨砕機
(マスコロイダー:増幸産業(株)製)を用い、1,2
00rpmで磨砕処理を実施し羽毛磨砕物のエタノール
浸漬物を得た。この磨砕物を再度、石臼式回転磨砕機を
用い磨砕処理を実施する。このような循環石臼式回転磨
砕処理を4回繰り返した。その後、得られたエタノール
浸漬羽毛磨砕物は振動ボールミルを用いさらに磨砕処理
を1時間行った。この振動ボールミル磨砕は、エタノ
ール浸漬状態での湿式で行われ、使用ボールに直径6mm
のジルコニアボールを使用した。こうして得られたエ
タノール浸漬羽毛微細粉末は、ろ過により回収され、次
いでエーテル、アセトン、エタノールにより洗浄ろ過を順
次行った。そして乾燥後、羽毛微細粉末を得た。このも

のは顕微鏡観察により、数ミクロンの微細粉末であることを確認した。

(実施例2) 水洗したニワトリ羽毛約100gをエタノール1リットルに浸漬し、石臼式回転磨砕機(マスコロイダー:増幸産業(株)製)を用い、1,200rpmで磨砕処理を実施し羽毛磨砕物のエタノール浸漬物を得た。この磨砕物を再度、石臼式回転磨砕機を用い磨砕処理を実施する。このような循環石臼式回転磨砕処理を4回繰り返した。その後、得られたエタノール浸漬羽毛磨砕物は振動ボールミルを用いさらに磨砕処理を1時間行なった。この回転ボールミル磨砕は、エタノール浸漬状態での湿式で行われ、使用ボールに直径6mmのジルコニアボールを使用し、回転数1,200rpmにて実施された。こうして得られたエタノール浸漬羽毛微細粉末は、ろ過により回収され、次いでエーテル、アセトン、エタノールにより洗浄ろ過を順次行った。そして乾燥後、羽毛微細粉末を得た。このものは、顕微鏡観察によ*

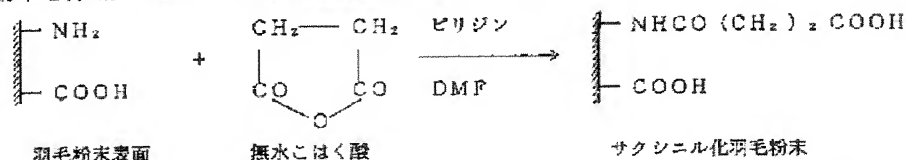
*り、数ミクロンの微細粉末であることを確認した。

(比較例1) 水洗したニワトリ羽毛約10gをコーヒーミル型粉碎機を用い磨砕した。磨砕物は二つに分け一方はそのまま振動ボールミル磨砕を施し、もう一方は50mlのエタノールに浸漬して振動ボールミル磨砕を施した。振動ボールミル磨砕の条件は実施例1と同様とした。磨砕後、二つの磨砕物はエーテル、アセトン、エタノールにより順次、洗浄ろ過された。これらの粉末は顕微鏡観察により、100ミクロンを越す針状物が多く確認された。

(実施例3) 実施例1で製した羽毛微細粉末2gをジメチルホルムアミド500ml中に懸濁し、ピリジン15.8gの存在下、無水こはく酸20gを加え、7日間室温にて攪拌反応させた。反応式は下記に示すとおりである。

【0017】

【化1】

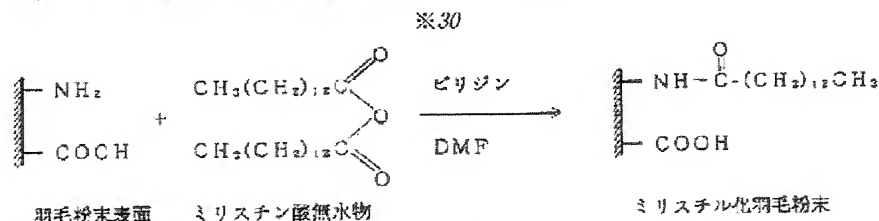


反応終了後、羽毛微細粉末はろ過により回収され、エタノール、水、アセトン、エーテル、エタノールで順次、洗浄ろ過された。このようにして得られたものをサクシニル化羽毛粉末とする。(実施例4) 実施例1で製した羽毛微細粉末2gをアセトン500ml中に分散し、プロパンスルトン20gを加え、室温にて7日間攪拌反応させた。

※【0018】 反応終了後、羽毛微細粉末はろ過により回収され、アセトン、エーテル、エタノールで順次、洗浄ろ過された。このようにして得られたものをスルホン酸化羽毛粉末とする。反応式は下記に示すとおりである。

【0019】

【化2】



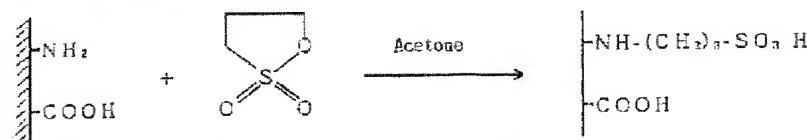
(実施例5) 実施例1で製した羽毛微細粉末2gをジメチルホルムアミド500ml中に懸濁し、ピリジン7.9gの存在下、ミリスチン酸無水物20gを加え、7日間室温にて攪拌反応させた。反応式は下記に示すとおり★40

★である。

【0020】

【化3】

スルホン酸化反応式



(実施例6) 実施例1で製した羽毛微細粉末およびサクシニル化羽毛粉末、スルホン酸化羽毛粉末そしてミリスチル化羽毛粉末の各100mgを試験管に採取し、そこへ5%グルコースの適量を滴下し、各々の粉末を湿潤状

態に置いた。その後、50℃にて1週間放置したところ、実施例1で製した羽毛微細粉末のみが、褐変していた。他のものは、還元糖と反応しうるアミノ基が、化学修飾されているため褐変現象を来さなかった。これらの

7

ものは、化粧品や医薬品の基剤として用いる際に還元糖類との配合を容易にするものである。

(実施例7) 実施例1で製した羽毛微細粉末およびサクシニル化羽毛粉末、スルホン酸化羽毛粉末そしてミリスチル化羽毛粉末の各100mgを20ml容バイアル瓶に取り、精製水10mlを加えた後密栓し手動にて30秒間振とうした。ミリスチル化羽毛粉末以外は、すべて良好な分散状態を示した。特に、サクシニル化羽毛粉末とスルホン酸化羽毛粉末は、より軽度の振とうにより良好な分散状態を示した。

(実施例8) 実施例1で製した羽毛微細粉末およびサクシニル化羽毛粉末、スルホン酸化羽毛粉末そしてミリスチル化羽毛粉末の各々を適量皮膚上に取り、指で引き延ばした。いずれも良好な伸展性を示し、皮膚上に白色の残存は認められなかった。また、いずれにおいても刺激感はなかった。ミリスチル化羽毛粉末だけは、ややベタつき感があったが、伸展後は不快なものではなく、他とともにファンデーション用化粧品などに利用性の高いものである。

(実施例9) 実施例1および2で製した羽毛微細粉末と別途水洗後、エタノール、エーテル、エタノール洗浄を順次施した羽毛の各試料をケラチンの可溶化に関して公知の方法であるチオグリコール酸ナトリウムによる還元可溶化に供した。

8

【0021】 各試料1gを予め2N NaOHにてpH11に調整した0.2Mチオグリコール酸ナトリウムの100mlに浸漬し、50℃にて3時間振とう攪拌した。その後、遠心分離により不溶物を除去し、可溶化物を透析チューブに入れ、精製水の流水中で24時間透析した。透析後、各々内容物を回収し凍結乾燥し、可溶化ケラチンの収量を比較したところ、羽毛からは0.6g、実施例1の羽毛微細粉末からは0.9g、実施例2の羽毛微細粉末からは0.85gであった。

10 【0022】 このことから本発明により得られる羽毛微細粉末は、可溶化ケラチンの製造のためにも最適のものである。

【0023】

【発明の効果】 本発明方法によれば極めて省エネルギー的に効率良く羽毛微細粉末を得ることができる。また、得られた羽毛微細粉末は、水系溶媒に対する親和性に優れ、水に対する分散性が極めて良好である。更に、医薬品および化粧品等の香粧品の基剤として特に好適な物性を有している。

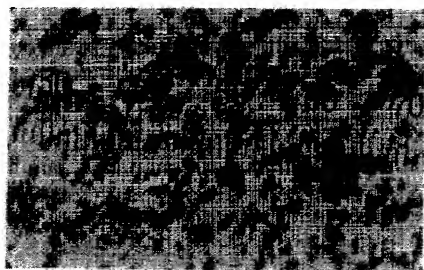
20 【図面の簡単な説明】

【図1】 本発明方法によって得られた羽毛微細粉末の顕微鏡写真である。

【図2】 直径10ミクロンの標準ラテックス粒子の顕微鏡写真である。

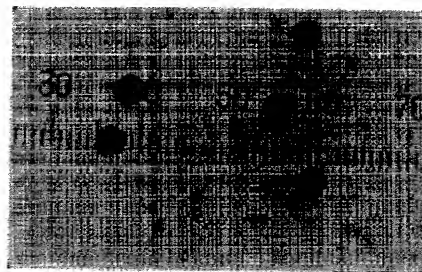
【図1】

顕微鏡写真



【図2】

顕微鏡写真



フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁵

C 08 H 1/06

識別記号

庁内整理番号

8215-4J

F 1

技術表示箇所